

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-212211

(43)Date of publication of application : 11.08.1998

(51)Int.Cl.

A61K 7/00  
A61K 7/02  
A61K 7/42  
// A61K 7/025  
A61K 7/031  
A61K 7/035

(21)Application number : 09-029700

(71)Applicant : NATL INST FOR RES IN INORG MATER  
SHISEIDO CO LTD

(22)Date of filing : 29.01.1997

(72)Inventor : SASAKI TAKAYOSHI  
WATANABE JUN  
NISHIHAMA SHUJI  
FUKUI HIROSHI

(54) COSMETIC MATERIAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a cosmetic material which has excellent effect shielding of ultraviolet ray and shows excellent transparency and good spread with natural finishing on skin.

SOLUTION: This cosmetic material comprises flake titanium oxide with the thickness of nanometer level in place of titanium oxide powder with the thickness of micrometer level used in the past, particularly porous titanium oxide consisting of the aggregation of flake titanium oxide.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 27.09.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 20.08.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2002-17873

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 17.09.2002

[Date of extinction of right]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-212211

(43) 公開日 平成10年(1998) 8月11日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	F I	
A 6 1 K 7/00		A 6 1 K 7/00	L
	7/02	7/02	B
	7/42	7/42	N
// A 6 1 K 7/025		7/025	
審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 8 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号	特願平9-29700	(71) 出願人	591030983 科学技術庁無機材質研究所長 茨城県つくば市並木1丁目1番地
(22) 出願日	平成9年(1997) 1月29日	(71) 出願人	000001959 株式会社資生堂 東京都中央区銀座7丁目5番5号
		(72) 発明者	佐々木 高義 茨城県つくば市竹園3丁目4-1 201棟 304号
		(72) 発明者	渡辺 遼 茨城県つくば市竹園3丁目33番734
		(74) 代理人	弁理士 志村 光春
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 化粧品

(57) 【要約】

【課題】優れた紫外線遮蔽効果を有し、かつ透明感に優れ肌上ののびが良好で仕上がりが自然な化粧料を提供すること。

【解決手段】従来は、その厚みがマイクロメートルレベルであった酸化チタン粉末に代えて、その厚みがナノメートルレベルである薄片状酸化チタンを含んでなる、特にその薄片状の酸化チタンの集合物である酸化チタン多孔体を含んでなる化粧料を提供すること。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】その厚みがナノメートルレベルである薄片状酸化チタンを含んでなる化粧料。

【請求項2】その厚みがナノメートルレベルである薄片状酸化チタンの集合体である薄片状酸化チタン多孔体を含んでなる化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、優れた紫外線遮蔽効果を有し、かつ透明感に優れ肌上ののびが良好で、仕上がり

## 【0002】

【従来の技術】酸化チタンは、着色力や隠蔽力に優れ、構造的にも安定であり、安全性の高い白色顔料の一つである。また、粒子径が $1\mu\text{m}$ 以下になると、いわゆる「体積効果」や「表面効果」の影響により、優れた紫外線遮蔽効果等を有するようになる。このため、酸化チタンは白色顔料としてだけでなく、化粧品等に紫外線遮蔽効果を付与する場合には、上記の微粒子酸化チタンが主に紫外線遮蔽剤として広く配合されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、一般に化粧料等に配合される微粒子酸化チタンは、その化粧料の肌上での延びを悪化させる傾向があり、さらに化粧料のムラ付きを惹起する傾向があるため、紫外線遮蔽効果が必ずしも十分ではない場合もある。また、微粒子酸化チタンは、透明性に欠けるため、これを専ら紫外線遮蔽剤として化粧料に配合した場合には、仕上がりに不必要かつ不自然な青白味を伴う傾向があることは否めない。そこで、本発明が解決すべき課題は、優れた紫外線遮蔽効果を有し、かつ使用性に優れる酸化チタンを配合した化粧料を提供することにある。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者は、この課題の解決に向けて鋭意検討を行った。その結果、その厚みがナノメートルレベルの薄片状酸化チタンを配合した化粧料は、優れた紫外線遮蔽効果を有し、かつ透明感に優れ肌上ののびが良好で、仕上がりが自然であることを見出し本発明を完成した。

【0005】すなわち、本発明はその厚みがナノメートルレベルである薄片状酸化チタン、特にその薄片状の酸化チタンの集合体である酸化チタン多孔体を含んでなる化粧料を提供する。

## 【0006】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を説明する。本発明化粧料に配合される、その厚みがナノメートルレベルである薄片状酸化チタン（以下、薄片状酸化チタンという）又はその薄片状酸化チタンの集合体である酸化チタン多孔体（以下、酸化チタン多孔体という）。また、この酸化チタン多孔体と前記薄片状酸化チタンと

を併せて薄片状酸化チタン等ということもある。）は、以下のごとくして製造することができる。

【0007】①薄片状酸化チタンの製造：薄片状酸化チタンは、層状チタン酸塩を酸処理して組成が $\text{H}_x\text{Ti}_{1-x/4}\text{O}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ （ $x=0.60\sim0.75$ 、 $n$ は0を越えた2未満の数）である層状チタン酸粉末を生成させ、次いでこの粉末をアミン水溶液等と混合して剥離分散させたチタニアゾルとしての形態で製造することができる。

【0008】ここで、原材料となる層状チタン酸塩としては、例えば斜方晶の層状構造を有するチタン酸セシウム $[\text{Cs}_2\text{Ti}_{1-x/4}\text{O}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}]$ （ $x=0.60\sim0.75$ 、 $n$ は0を越えた2未満の数）、単結晶の層状構造を有する五チタン酸セシウム $[\text{Cs}_2\text{Ti}_5\text{O}_{11} \cdot m\text{H}_2\text{O}]$ （ $m$ は0以上の数）、四チタン酸カリウム $(\text{K}_2\text{Ti}_4\text{O}_9)$ 、三チタン酸ナトリウム $(\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_8)$ 、二チタン酸カリウム $(\text{K}_2\text{Ti}_2\text{O}_5)$ 等が挙げられ、なかでも斜方晶の層状構造を有するチタン酸セシウムを層状チタン酸塩として選択することが、目的の薄片を剥離することが容易である故に好ましい。これらの層状チタン酸塩は、例えば酸化チタンとアルカリ金属炭酸塩等を量論比に混合して、これを $700^\circ\text{C}$ 以上で焼成することによって得ることができる。

【0009】酸処理工程は、層状チタン酸塩の層間イオンを水素イオンに置換して、層状チタン酸粉末を生成するための工程である。具体的には、層状チタン酸塩と酸水溶液を接触させて攪拌する操作を繰り返すことにより、この酸処理を行う。

【0010】この酸処理工程に用いる酸の種類は、特に限定されるものではなく、塩酸、硫酸、硝酸、シュウ酸、酢酸等を用いることができる。酸水溶液は概ね酸濃度0.1規定以上、1.2規定以下であり、0.5規定以上、3規定以下が好ましい酸濃度である（なお、この酸濃度が0.1規定未満であると所望する層状チタン酸粉末が生成するまでの時間がかかり好ましくなく、1.2規定を越えるとチタン酸塩の一部が溶解する上に、酸の取扱いが困難になるため好ましくない）。固液比は $10\text{cm}^3/\text{g}$ 以上であれば特に上限はないが、實際上概ね $50\text{cm}^3/\text{g}$ 以下の範囲である。なお、この固液比が $10\text{cm}^3/\text{g}$ 未満であると酸量が減り所望の反応の進行に時間がかかり好ましくない。接触時間は通常2.4時間程度で、及び工程の繰り返し回数は3回以上で所望する酸処理を行うことができる。

【0011】次に、この酸処理工程により得られた層状チタン酸粉末に、アミン水溶液と混合して攪拌することにより、酸化チタンの結晶をナノメートルレベルの厚さにまで剥離分散させたチタニアゾルを調製することで、所望する薄片状酸化チタンを得ることができる。

【0012】酸化チタン結晶を剥離分散させる目的で接触させるアミン水溶液は、立体的に嵩高く酸化チタン結

晶の剥離能力が高く、かつ化粧料中への配合が許容される程度の安全性が保証されている限り特に限定されるものではない。具体的には、例えばテトラブチルアンモニウム水酸化物、プロピルアミン、エチルアミン、エタノールアミン、プロパノールアミン、テトラメチルアンモニウム水酸化物、テトラエチルアンモニウム水酸化物、テトラプロピルアンモニウム水酸化物等の水溶液を例示することができる。これらの中で、テトラブチルアンモニウム水酸化物の水溶液は、特に酸化チタン結晶の剥離能力が高く選択するのに好ましいアミン水溶液である。なお、このアミン水溶液の濃度は概ね0.01M以上、1M以下であり、0.02M付近の濃度である場合が最も酸化チタン結晶の剥離能力が高く好ましい。

【0013】また、酸化チタン結晶の剥離を促進するために、激しい振盪、攪拌、超音波、メカノフュージョンによる機械的剥離等の物理的手段を用いることもできる。このようにして、層状チタン酸の結晶構造の最小基本単位であるホスト層（厚さは1nm以下）の一枚一枚が水中に分散したチタニアゾルとして、所望する薄片状酸化チタンを得ることができる。なお、上記の酸化チタン結晶の剥離が最も良好な条件で得られたゾルにおける酸化チタン量は、ゾル全体に対して0.5重量%程度、添加するアミンと固相中の交換性水素イオンの当量比は1程度である。

【0014】②酸化チタン多孔体の製造：酸化チタン多孔体は、上記①において得たチタニアゾルを乾燥させ、さらにこれを焼成することにより得ることができる。

【0015】チタニアゾルの乾燥手段は、例えば真空凍結乾燥等の通常公知の乾燥手段を用いることができるが、特にチタニアゾルを一旦凍らせた後、真空凍結乾燥して得られたゲルは単純乾燥させたものに比べて綿状で軽く、特に多孔体的な概観を呈する（この綿状ゲルは、一旦単層レベルまで剥離したチタン酸シートが10～20枚程度凝集したもので、積層間隙にアミンイオン及び水が包接された一種の層間化合物である。）。この特徴は、最終的に製造する酸化チタン多孔体においても維持され、このような酸化チタン多孔体を本発明化粧料中に配合することは、肌上でののびに優れ、透明な仕上がりを与えることができる、という点で好ましい。

【0016】この乾燥手段を施して得られるゲルを焼成処理して所望する酸化チタン多孔体を得ることができる。この焼成処理温度は、少なくとも400℃以上の温度で行うことが必要である（100～400℃付近の加熱過程は、水、続いてアミンを脱離させる重量減少過程である）。また、この焼成処理温度は、得られる酸化チタン多孔体の結晶構造を決定する上で非常に重要である。

【0017】すなわち、焼成温度が400℃付近では概ね層状構造が崩壊して無定形結晶が得られ、400℃以上、800℃未満では概ねアナターゼとして結晶化し、

800℃以上では概ねルチルへと移行する。また、焼成温度が高くなる程、得られる酸化チタン多孔体のメソ孔がつぶれてマクロ孔の割合が多くなる。

【0018】本発明化粧料に配合する酸化チタン多孔体としては、これらの酸化チタン多孔体を、配合する化粧品の具体的な用途や形態に応じて適宜選択して用いることができる。このようにして得られる酸化チタン多孔体は、その厚さが20～30nm、横幅が $\mu\text{m}$ 単位の薄片微粒子であり、概ね40～110 $\text{m}^2/\text{g}$ という大きな比面積を有するうえに、細孔径にして2～100nmの広い範囲に及ぶメソ孔～マクロ孔が発達した特異な表面特性を有する。なお、この酸化チタン多孔体を通常公知の手段で粉砕することにより、所望の大きさの酸化チタン多孔体を容易に調製することができる。

【0019】上記②において得られた薄片状酸化チタンに、必要に応じてアルミニウムステアレート、ジンクミリスレート等の脂肪酸石鹸；キャンデリラロウ、カルナウバロウ等のワックス類；メチルポリシロキサン等のシリコーンオイル等で通常公知の方法で疎水化処理を施して、撥水性を付与することもできる。本発明における薄片状酸化チタンは、このような疎水化処理を施した薄片状酸化チタンをも含むものである。

【0020】本発明化粧料における薄片状酸化チタン等の配合量は、具体的な化粧料の形態等に応じて適宜配合されるべきものであるが、概ね化粧料に対して0.1重量%以上、同60重量%以下、好ましくは同0.5重量%以上、30重量%以下である。化粧料に対して0.1重量%未満の配合量では、期待される程の紫外線遮蔽効果を化粧料に付与することが困難であり、同60重量%を越えて配合しても配合量に見合った効果の向上を期待することが困難であり好ましくない。

【0021】このようにして、上記の薄片状酸化チタン等を化粧料中に配合することにより、驚くべきことに優れた紫外線遮蔽効果を有し、かつ透明感に優れ肌上ののびが良好で、仕上がりりが自然な化粧料が提供される。

【0022】この所期の効果のみを本発明化粧料に付与する限りにおいては、他の成分を本発明化粧料中に配合する必要はないが、他の成分が化粧料中で発揮することが公知である機能を発揮させるために、この他の成分を上記の所期の効果を損なわない範囲で本発明化粧料中に配合することができる。

【0023】例えば、ワセリン、ラノリン、セレンシン、カルナウバロウ、キャンデリラロウ、高級脂肪酸、高級アルコール等の固形又は半固形油分、スクワラン、流動パラフィン、エステル油、トリグリセライド等の流動油分、シリコーン油等の油分、ヒアルロン酸ナトリウム、グリセリン等の保湿剤、カチオン系界面活性剤、非イオン性界面活性剤等の界面活性剤、顔料、防腐剤、香料、賦活剤、薄片状酸化チタン等以外の紫外線遮蔽剤等を適宜配合することができる。

【0024】また、本発明化粧料は、粉末状、ケーキ状、ペンシル状、スティック状、軟膏状、液体状等の形態を採ることが可能であり、例えば化粧水、乳液、クリーム等のフェーシャル化粧料；ファンデーション、口紅、アイシャドー、頬紅、アイライナー、ネイルエナメル、マスカラ等のメーキャップ化粧料、ヘアトリートメント、ヘアリキッド、セッカラーション等の毛髪化粧料等が本発明化粧料の適用対象となり得る。

【0025】なお、上記①におけるチタニアゾルとして得られる、層状チタン酸の結晶構造の最小基本単位であるホスト層の一枚一枚が水中に分散した薄片状酸化チタンは、このアミン水溶液が介在したチタニアゾル中にのみ特異的に存在するものである。よって、薄片状酸化チタンを配合可能な本発明化粧料の形態は、少なくとも薄片状酸化チタンが分散可能な程度の濃度のアミンを含んでなる水溶液系の形態、例えば化粧水や乳液等に限定される。

#### 【0026】

【実施例】以下、本発明を実施例等において、より具体的に説明するがこの実施例により本発明の技術的範囲が限定解釈されるべきものではない。

【製造例】薄片状酸化チタン等の製造

炭酸セシウム ( $\text{Cs}_2\text{CO}_3$ ) と二酸化チタン ( $\text{TiO}_2$ ) を、

【実施例1】 乳化ファンデーション

	重量%
1) イオン交換水	60.9
2) 分散剤	0.1
3) ジブropilengリコール	5.0
4) 防腐剤	適量
5) ポリオキシエチレン変性ジメチルポリシロキサン	4.0
6) デカメチルシクロペンタシロキサン	12.0
7) 流動パラフィン	5.0
8) 薄片状酸化チタン (アナターゼ)	9.0
9) セリサイト	5.36
10) カオリン	4.0
11) 二酸化チタン	0.32
12) 黄酸化鉄	0.80
13) 赤酸化鉄	0.36
14) 黒酸化鉄	0.16
15) 香料	適量

【0029】＜製法＞成分1)～4)を70℃に加熱攪拌後、薄片状酸化チタン粉末8)及び成分9)～14)を添加して分散処理を施した。この分散処理物を、予め70℃に加熱しておいた成分5)～7)に添加して乳化分※

【実施例2】 パウダリーファンデーション

	重量%
1) タルク	15.0
2) マイカ	35.0
3) カオリン	5.0
4) 薄片状酸化チタン (アナターゼ)	15.0

\*  $\text{O}_2$ ) を、1:5.3 (モル比) で混合し、800℃で2日間焼成することにより、斜方晶のチタン酸セシウム ( $\text{Cs}_{0.70}\text{Ti}_{1.825}\text{O}_4$ ) を合成した。この斜方晶のチタン酸セシウムの粉末を1N塩酸中で3日間攪拌した後、濾過、風乾して層状チタン酸 [ $\text{H}_{0.1}\text{Ti}_{1.825}\text{O}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  (nは0以上の数)] の粉末を得た。この層状チタン酸粉末0.5gをテトラブチルアンモニウム水酸化物水溶液100cm<sup>3</sup> (濃度: 0.1mol/dm<sup>3</sup>) に加え、シェーカーで150rpm程度の振盪を行うことにより、チタニアゾルを生成させた。

【0027】次に、このチタニアゾルを冷蔵庫中 (-30℃) で凍結させた後、この凍結物に真空凍結乾燥を施した。その結果、綿状のゲルが生成し、このゲルに焼成処理 (700℃で3.5時間処理又は850℃で3.5時間処理) を施した。この結果所望するアナターゼ型 (700℃処理) 又はルチル型 (850℃処理) の結晶を有する薄片状酸化チタン (多孔体) を得た。また、これらの薄片状酸化チタンの表面にシリコーン処理を施し、撥水性を向上させた薄片状酸化チタンを得た。

【0028】以下、上記製造例において製造した薄片状酸化チタンを配合した本発明化粧料の処方例を実施例として記載する。なお、下記の配合量はすべて化粧料に対する重量%である。

※ 散を行った。その後、室温までこの乳化分散物を攪拌冷却して、これに成分15)を加え、目的とする乳化ファンデーションを得た。

【0030】

7	8
5) 二酸化チタン	5.0
6) 雲母チタン	3.0
7) ステアリン酸亜鉛	1.0
8) ナイロンパウダー	5.0
9) 赤酸化鉄	1.0
10) 黄酸化鉄	3.0
11) 黒酸化鉄	0.2
12) スクワラン	6.0
13) 酢酸ラノリン	1.0
14) ミリスチン酸オクチルドデシル	2.0
15) ジイソオクタン酸ネオペンチルグリコール	2.0
16) モノオレイン酸ソルビタン	0.5
17) 防腐剤	適量
18) 酸化防止剤	適量
19) 香料	適量

【0031】＜製法＞成分1)及び9)～11)をヘンシ  
エルミキサーで混合し、この混合物に成分2)～8)を  
添加してよく混合してから、成分12)～19)を70℃で  
加熱溶解したものを添加混合した。この後、この混合物\*

\*を5HPパルペライザー（細川ミクロン製）で粉碎し、  
これを中皿で成型して、目的とするパウダリーファンデ  
ーションを得た。

【0032】

〔実施例3〕 油性スティックファンデーション

	重量%
1) 薄片状酸化チタン（ルチル）	13.0
2) 酸化チタン	7.0
3) カオリン	20.0
4) タルク	2.0
5) マイカ	3.0
6) 赤酸化鉄	1.0
7) 黄酸化鉄	3.0
8) 黒酸化鉄	0.2
9) 固形パラフィン	3.0
10) マイクロクリスタリンワックス	7.0
11) ワセリン	15.0
12) ジメチルポリシロキサン	3.0
13) スクワラン	5.0
14) パルミチン酸イソプロピル	17.0
15) 酸化防止剤	適量
16) 香料	適量

【0033】＜製法＞成分9)～15)を85℃で溶解  
し、これに成分1)～8)を添加し、ディスパーで混合  
した後、コロイドミルで分散した。この分散物に成分1  
6)を添加し、脱気後70℃で容器に流し込み冷却し

※て、目的とする油性スティックファンデーションを得  
た。

【0034】

〔実施例4〕 両用ファンデーション

	重量%
1) シリコーン処理タルク	19.0
2) シリコーン処理マイカ	40.0
3) シリコーン処理二酸化チタン	5.0
4) シリコーン処理薄層状酸化チタン（アナターゼ）	15.0
5) シリコーン処理ベンガラ	1.0
6) シリコーン処理黄酸化鉄	3.0
7) シリコーン処理黒酸化鉄	0.2

(6)

特開平10-212211

9

10

- 8) ステアリン酸亜鉛
- 9) ナイロンパウダー
- 10) スクワラン
- 11) 固形パラフィン
- 12) ジメチルポリシロキサン
- 13) トリイソオクタン酸グリセリン
- 14) オクチルメトキシシンナメート
- 15) 防腐剤
- 16) 酸化防止剤
- 17) 香料

0. 1  
2. 0  
4. 0  
0. 5  
4. 0  
5. 0  
1. 0  
適 量  
適 量  
適 量

【0035】＜製法＞成分1)～9)をヘンシェルミキサーで混合してから、10)～17)を70℃で加熱溶解したものを添加混合した。この後、この混合物を5HPパ\*  
〔実施例5〕 油性タイプロ紅

\*ルペライザー（細川ミクロン製）で粉碎し、これを中皿で成型して、目的とする両用ファンデーションを得た。  
【0036】

- 1) 薄層状酸化チタン（ルチル）
- 2) 赤色201号
- 3) 赤色202号
- 4) 赤色203号
- 5) キャンデリラロウ
- 6) 固形パラフィン
- 7) ミツロウ
- 8) カルナウバロウ
- 9) ラノリン
- 10) ヒマシ油
- 11) 2-エチルヘキサン酸セチル
- 12) イソプロピルミリスチン酸エステル
- 13) 酸化防止剤
- 14) 香料

重量%  
5. 0  
0. 6  
1. 0  
0. 2  
9. 0  
8. 0  
5. 0  
5. 0  
11. 0  
25. 0  
20. 0  
10. 0  
適 量  
適 量

【0037】＜製法＞成分1)～3)を10)の一部に加え、ローラーで処理した（顔料部）。その一方で、4)を10)の一部に溶解した（染料部）。次に、5)～14)を90℃に加熱溶解し、顔料部及び染料部をこれに加え\*  
〔実施例6〕 サンスクリーン剤

30※でホモミキサーで均一に分散した。分散後、所定の容器に充填して、目的とする油性タイプロ紅を得た。  
【0038】

- 1) 薄層状酸化チタン（アナターゼ）
- 2) イオン交換水
- 3) 1, 3-ブチレングリコール
- 4) エデト酸二ナトリウム
- 5) トリエタノールアミン
- 6) オキシベンゾン
- 7) パラメトキシケイ皮酸オクチル
- 8) スクワラン
- 9) ワセリン
- 10) ステアリルアルコール
- 11) ステアリン酸
- 12) グリセリルモノステアレート
- 13) ポリアクリル酸エチル
- 14) 酸化防止剤
- 15) 防腐剤

重量%  
5. 0  
54. 95  
7. 0  
0. 05  
1. 0  
2. 0  
5. 0  
10. 0  
5. 0  
3. 0  
3. 0  
3. 0  
1. 0  
適 量  
適 量



## 16) 香料

## 適量

【0039】<製法>成分2)~5)を70℃に加熱し、溶解させた。これに1)を加え、十分分散させた。この中に、6)~16)を加え、ホモ

\*モジナイザーを用いて乳化分散した。その後、室温まで攪拌、冷却して、目的とするサンスクリーン剤を得た。

【0040】

【実施例7】 W/O型サンスクリーン剤

- |                           |      |
|---------------------------|------|
| 1) イオン交換水                 | 重量%  |
| 2) 1, 3-ブチレングリコール         | 38.3 |
| 3) シリコーン処理薄層状酸化チタン (ルチル)  | 5.0  |
| 4) パラメトキシケイ皮酸オクチル         | 3.0  |
| 5) オキシベンゾン                | 5.0  |
| 6) 4-tert-4'-メトキシベンゾイルメタン | 3.0  |
| 7) スクワラン                  | 1.0  |
| 8) ジイソステアリン酸グリセリン         | 40.0 |
| 9) 有機変性モンモリロナイト           | 3.0  |
| 10) 防腐剤                   | 1.5  |
| 11) 香料                    | 適量   |

【0041】<製法>成分4)~11)を70℃に加熱して溶解させた。これに3)を加え、十分分散させた。この分散物の中に、1)と2)を加え、十分分散させたものを20

※室温まで攪拌冷却して、目的とするW/O型サンスクリーン剤を得た。

【0042】

【実施例8】 類紅

- |                     |      |
|---------------------|------|
| 1) カオリン             | 重量%  |
| 2) 薄層状酸化チタン (アナターゼ) | 19.0 |
| 3) ベンガラ             | 5.0  |
| 4) 赤色202号           | 0.3  |
| 5) セレシン             | 0.5  |
| 6) ワセリン             | 15.0 |
| 7) 流動パラフィン          | 20.0 |
| 8) イソプロピルミリスチン酸エステル | 25.0 |
| 9) 酸化防止剤            | 15.0 |
| 10) 香料              | 適量   |

【0043】<製法>成分1)~4)を7)の一部に加え、ローラーで処理した(顔料部)。その一方で、4)を10)の一部に溶解した(染料部)。5)~10)を90℃に加熱溶解し、これに顔料部を加え、ホモミキサーで均一に分散した。分散後、所定の容器にこれを充填して、目的とする類紅を得た。

【0044】〔比較例1~8〕上記実施例1~8の化粧料において、薄層状酸化チタンの代わりに塩化チタンを気相酸化して得られた酸化チタン微粉末(P-25:デグサ社製)を配合した化粧料を、それぞれ比較例1~8とした。なお、この酸化チタン微粉末は、結晶形がアナターゼとルチルの混合タイプの酸化チタン微粉末である。

【0045】〔試験例1〕紫外線散乱効果及び透明性の検討

上記実施例1~6及び比較例1~6において得られた化

粧料について、紫外部(300nm)の吸光度並びに可視部(420nm及び550nm)の反射率を第1表に示す。吸光度は、実施例6及び比較例6は透明石英板上に5μmの厚さで塗布して分光光度計で測定し、実施例1~5及び比較例1~5は、透明石英板上にサンプル0.02gを4×5cmの面積にほぼ均一となるように塗布して分光光度計で測定した。

【0046】反射率は、実施例6及び比較例6はそのままの状態、実施例5及び比較例5は加熱して溶解させ、黒色の隠蔽率試験紙に0.35mmの厚さに塗布し、実施例1~4及び比較例1~4は、黒色の隠蔽率試験紙にサンプル0.7gを4×5cmの面積にほぼ均一となるように塗布し、測色計で測定した。

【0047】

【表1】

第 1 表

	吸光度	反射率 (%)		透明性 (官能評価)
	300nm	420nm	550nm	
実施例1	0.82	31.9	21.2	○
比較例1	0.54	61.2	45.7	×
実施例2	0.86	48.7	34.2	○
比較例2	0.67	69.3	50.1	×
実施例3	0.98	28.5	18.9	○
比較例3	0.70	65.7	46.1	×

この結果により、本実施例の化粧料は、紫外線吸収効果（吸光度参照）、透明性（反射率参照）共に良好であることが明らかになった。

【0048】〔試験例2〕化粧料ののびに関する実使用テスト

実施例6及び同7並びに比較例6及び同7の化粧料について、下記のA～D群各6名ずつ合計24名のパネルを用いて化粧料ののびに関する実使用テストを行った。

A群：実施例6の化粧料を使用した群

B群：実施例7の化粧料を使用した群

C群：比較例6の化粧料を使用した群

D群：比較例7の化粧料を使用した群

【0049】結果に対する評価（各群の平均評点で示す）

1：非常にのびが悪い。

2：のびが悪い。

3：どちらともいえない。

4：のびがよい。

5：非常にのびがよい。

【0050】その結果、実施例の化粧料に関するA群の評点は4.0、B群の評点は3.8であった。これに対して、比較例の化粧料に関するC群の評点は3.3、D群の評点は2.8であった。すなわち、明らかに薄層状酸化チタンを配合した実施例の化粧料は、比較例の化粧料よりものびが優れていることが明らかになった。 \*

\* 【0051】〔試験例3〕化粧料の仕上がりに関する実使用テスト

実施例8及び比較例8の化粧料について、下記のE群及びF群各6名ずつ合計12名のパネルを用いて化粧料の仕上がりに関する実使用テストを行った。

E群：実施例8の化粧料を使用した群

F群：比較例8の化粧料を使用した群

【0052】結果に対する評価（各群の平均評点で示す）

1：非常に青白く不自然。

2：青白く不自然。

3：どちらともいえない。

4：自然。

5：非常に自然。

【0053】その結果、実施例の化粧料に関するE群の評点は3.8であった。これに対して、比較例の化粧料に関するF群の評点は2.8であった。すなわち、明らかに薄層状酸化チタンを配合した実施例の化粧料は、比較例の化粧料よりも仕上がりが自然であることが明らかになった。

【0054】

【発明の効果】本発明により、優れた紫外線遮蔽効果を有し、かつ透明感に優れ肌上ののびが良好で仕上がりが自然な化粧料が提供される。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>

A61K 7/031  
7/035

識別記号

F I

A61K 7/031  
7/035

(72) 発明者 西浜 脩二  
神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株  
式会社資生堂第1リサーチセンター内

(72) 発明者 福井 寛  
神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株  
式会社資生堂第1リサーチセンター内